

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

DE

English Abstract for FR 1499358

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI  
(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

000523682

WPI Acc No: 1966-24242F/ 196801

Related WPI Acc No: 1968-73239P; 1968-96846P

Antibiotic synthetic fibres and fabrics

Patent Assignee: MOSKOVSKY TEKSTILNY INSTITUT (VSES )

Number of Countries: 002 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
FR 1499358	A					196801 B
DE 1619117	A					197009

Abstract (Basic): BE 681379 A

Process for preparing antimicrobial fibrous material partic. copolymer fibres contng. carboxyl groups in the side-chains by reacting the polymers with a cationic bactericide, antibiotic or metal cation.

The carboxyl groups of the copolymers are reacted with Ag or Cu cation, with quaternary ammonium bactericides, or with antibiotics.

In bandages and material for wrapping surgical instruments.

In manufacture of blouses, house coats, pyjamas, laboratory and hospital coats, and coverings.

## BREVET D'INVENTION

P.V. n° 76.041

N° 1.499.358

Classification internationale: D 06 m // A 61 i



**Procédé d'obtention de matières fibreuses antimicrobiennes.** (Invention : Zakhar Alexandrovich ROGOVIN, Vasily Ignatievich VASHKOV, Julia Sergeevna KOZLOVA, Alexandre Davidovich VIRNIK, Tamara Alexandrovna MALTSEVA, Alla Alexandrovna GULINA-POGADAEVA, Galina Vasilievna SCHEGLOVA-NOVIKOVA et Elisaveta Nikolaevna NIKIFOROVA.)

MOSKOVSKY TEKSTILNY INSTITUT résidant en Union des Républiques Socialistes Soviétiques.

Demandé le 12 septembre 1966, à 15<sup>h</sup> 43<sup>m</sup>, à Paris.

Délivré par arrêté du 18 septembre 1967.

(*Bulletin officiel de la Propriété industrielle*, n° 43 du 27 octobre 1967.)

La présente invention concerne des procédés d'obtention de matières fibreuses antimicrobiennes.

Les fibres et les tissus jouissant de propriétés antimicrobiennes présentent un intérêt considérable pour un certain nombre de domaines spéciaux. Ils trouvent des applications dans la chirurgie (matériaux de bandage et d'emballage pour la conservation d'instruments chirurgicaux stériles), dans la confection de blouses, linges de corps et de lit, housses, portières utilisés dans les hopitaux et laboratoires bactériologiques; on les utilise également pour la stérilisation de l'air dans de différents dispositifs et cuves (notamment dans la production des antibiotiques), etc.

Afin de conférer aux matières fibreuses des propriétés antimicrobiennes, on peut avoir recours à l'imprégnation avec des solutions ou émulsions de produits bactéricides appropriés. Toutefois, les produits mentionnés ne se fixent pas solidement sur les matières fibreuses et risquent d'en être éliminés au cours de leur utilisation, surtout pendant le lavage. Pour cette raison, il est plus rationnel d'unir chimiquement les molécules des produits bactéricides aux macromolécules polymères génératrices de fibres (par des liaisons ioniques, covalentes et de coordinance). Dans ce cas, les matières fibreuses devront acquérir des propriétés antimicrobiennes constantes et les conserver pleinement ou avec des pertes négligeables durant tout le temps de service.

Le but de la présente invention est donc d'éliminer l'inconvénient précité.

L'invention concerne la mise au point d'un nouveau procédé d'obtention des matières fibreuses antimicrobiennes, comportant des corps bactéricides chimiquement liés aux groupements ionogènes des molécules polymères génératrices de fibres.

Le problème indiqué a été résolu grâce à un procédé consistant à traiter par des produits bacté-

ricides les matières fibreuses qui sont, conformément à l'invention, des copolymères greffés renfermant dans les chaînes latérales des groupes carboxyliques, notamment des copolymères greffés de cellulose ou de polymères synthétiques et d'acides polyacrylique ou polyméthacrylique. Dans ce cas, il y a fixation, au moyen de liaisons ioniques, des cations des corps bactéricides, sur les groupements carboxyliques des molécules polymères génératrices de fibres. Grâce au lien chimique entre les groupements fonctionnels des molécules polymères génératrices de fibres et les cations des corps bactéricides, la persistance des qualités antimicrobiennes des matières fibreuses se trouve assurée après de multiples traitements au mouillé. En tant que cations des corps bactéricides qui se fixent sur les groupements carboxyliques des copolymères greffés on peut choisir, par exemple, les cations de métaux (cuivre, argent) de bases ammoniacales quaternaires et antibiotiques.

Les exemples suivants illustrent la pratique de l'invention sans toutefois en limiter la portée.

*Exemple 1.* — On traite pendant 10 mn 1 kg de tissu en fibrane de viscose modifiée constituée du sel sodique du copolymère greffé de cellulose et d'acide polyacrylique, renfermant 3,5 % d'acide polyacrylique greffé, par 20 l d'une solution à 0,2 % de nitrate d'argent, on lave à l'eau et on sèche. Le tissu contient 2 % d'argent. Les essais de l'activité antimicrobienne des tissus ont été effectués selon deux méthodes. La première consiste à traiter les échantillons de tissu par la suspension d'une culture vieille de 24 h de *Staphylococcus aureus* ou de colibacille contenant  $2,10^9$  cellules microbiennes par cm<sup>2</sup>. La suspension de culture a été appliquée goutte à goutte sur la surface à essayer, à raison de  $4 \cdot 10^3$  cellules microbiennes sur 4 cm<sup>2</sup> de surface. Le calcul des germes ayant survécu a

été effectué sur un milieu nutritif solide en boîte de Pétri, ledit milieu ayant étéensemencé par une suspension de germes, obtenue par agitation sur une secouuse d'un flacon contenant du serum physiologique où l'on avait placé l'échantillon de tissu traité et des billes de verre. Un tissu ne comportant pas de produits bactéricides a servi de témoin.

L'essai suivant la méthode des plaques de gélose a consisté à introduire la suspension de germes dans une solution de gélose à base d'infusion de peptone de viande, refroidie, jusqu'à 48 à 50 °C, que l'on a versée ultérieurement dans des boîtes de Pétri. Sur la surface de la gélose on a appliqué les échantillons du tissu à essayer, après quoi on a placé les boîtes de Pétri dans un thermostat pendant 24 h. Les zones d'inhibition de la croissance de micro-organismes autour des échantillons ont été mesurées en mm (sans tenir compte de l'inhibition de la croissance de germes sous le tissu).

Dans l'essai de l'activité antimicrobienne du tissu suivant la première méthode on n'a pas observé de croissance de germes dans les boîtes de Pétri; la destruction des microbes d'essai ayant été réalisée à 100 %. Dans le cas de la méthode « des plaques de gélose », la zone d'inhibition de la croissance de *Staphylococcus aureus* est de 2 mm. L'activité antimicrobienne du tissu se conserve après le lavage à 30 reprises avec des solutions de savon et du produit OP-10 (conditions du lavage : température 50 °C, durée 30 mn, module de bain 50 : 1, concentration en savon, 0,5 g/litre concentration en OP-10, 1 g/litre). Par contre, le tissu imbibé d'une solution de nitrate d'argent et séché ensuite à l'air perd quasi-totalement son pouvoir antimicrobien après cinq lavages dans les conditions précédemment indiquées.

*Exemple 2.* — On traite pendant 20 mn 1 kg de tissu de coton modifié constitué d'un copolymère greffé de cellulose et d'acide polyméthacrylique, renfermant 7 % d'acide polyméthacrylique greffé, par 20 litres d'une solution à 0,6 % d'acétate de cuivre, on lave à l'eau et on séche. Le tissu contient 3 % de cuivre.

Selon la première méthode d'essai on a détruit 99 à 100 % de microbes. La zone d'inhibition de la croissance de *Staphylococcus aureus*, observée lors de l'essai de l'activité du tissu selon la méthode « des plaques de gélose » est de 2 mm. Le pouvoir antimicrobien se conserve après le lavage à 25 reprises avec des solutions de savon et du produit OP-10 dans les conditions décrites plus haut.

D'autre part, le tissu imprégné d'une solution d'acétate de cuivre et séché ensuite à l'air perd presqu'entièrement son pouvoir antimicrobien après 2 ou 3 lavages dans les conditions indiquées.

*Exemple 3.* — On traite pendant 30 mn 1 kg de tissu de coton modifié constitué par le sel sodique du copolymère greffé de cellulose et d'acide polyacrylique, renfermant 7 % d'acide polyacrylique greffé, par 20 litres d'une solution à 0,1 % de sulfate de streptomycine, on lave à l'eau et on séche. Selon la première méthode d'essai on détruit 99 à 100 % de micro-organismes.

L'activité antimicrobienne du tissu se conserve après 10 lavages dans les conditions précédemment décrites.

*Exemple 4.* — On traite pendant 1 h 50 g de fibre en polypropylène modifié renfermant 5 % de sel sodique d'acide polyacrylique greffé, par 1 litre d'une solution à 0,2 % de nitrate d'argent, on lave à l'eau et l'on séche. Lors de l'essai de l'activité du tissu selon la première méthode on n'observe pas de croissance de germes dans les boîtes de Pétri; la destruction des microbes d'essai est de 100 %.

*Exemple 5.* — On traite pendant 20 mn 50 g de fibre d'alcool polyvinyle modifié renfermant 10 % d'acide polyméthacrylique greffé, par 1 litre d'une solution à 0,4 % d'acétate de cuivre, on lave à l'eau et on séche.

Lors de l'essai de l'activité du tissu selon la première méthode on a constaté la destruction de 99 à 100 % de microbes.

#### RÉSUMÉ

La présente invention concerne un procédé d'obtention d'une matière fibreuse antimicrobienne, ledit procédé étant caractérisé par les points suivants pris isolément ou en toutes combinaisons :

1° On traite par des corps possédant un cation à pouvoir bactéricide, les matières fibreuses en copolymères greffés, renfermant des groupes carboxyliques dans les chaînes latérales;

2° On utilise les matières fibreuses en copolymère greffé de cellulose et d'acide polyacrylique;

3° On utilise les matières fibreuses en copolymère greffé de cellulose et d'acide polyméthacrylique;

4° On utilise les matières en copolymère greffé de polymères synthétiques et d'acide polyacrylique;

5° On utilise les matières fibreuses en copolymère greffé de polymères synthétiques et d'acide polyméthacrylique.

MOSKOVSKY TEKSTILNY INSTITUT

Par procuration :

G. BEAU DE LOMÉNIE, André ARMENGAUD, G. HOUSSARD,  
J.-F. BOISSEL & M. DE HAAS